

3/5/5

DIALOG(R) File 351:Derwent WPI  
(c) 2000 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.

010746792

WPI Acc No: 1996-243747/199625

XRAM Acc No: C96-077470

XRPX Acc No: N96-204415

High density magnetic recording medium - has a thin magnetic film of metal magnetic material on non-magnetic substrate and passive anti-corrosion layer.

Patent Assignee: SONY CORP (SONY )

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
JP 8096341	A	19960412	JP 94231214	A	19940927	199625 B

Priority Applications (No Type Date): JP 94231214 A 19940927

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan Pg	Main IPC	Filing Notes
JP 8096341	A	14	G11B-005/66	

Abstract (Basic): JP 8096341 A

Medium has at least a thin film magnetic layer made of a metal magnetic material on a non-magnetic substrate. A layer for preventing corrosion of metal, which forming the passive state, is formed on the thin film magnetic layer.

USE - The medium is suitable for video tape having higher picture quality.

ADVANTAGE - Deterioration by aging is prevented in the medium, since oxidation from crack at cut cross section and generation of crack at running are restrained.

Dwg.0/24

Title Terms: HIGH; DENSITY; MAGNETIC; RECORD; MEDIUM; THIN; MAGNETIC; FILM; METAL; MAGNETIC; MATERIAL; NON; MAGNETIC; SUBSTRATE; PASSIVE; ANTI; CORROSION; LAYER

Derwent Class: L03; T03

International Patent Class (Main): G11B-005/66

International Patent Class (Additional): G11B-005/72; G11B-005/84

File Segment: CPI; EPI

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-96341

(43) 公開日 平成8年(1996)4月12日

(51) Int.Cl.<sup>9</sup>

G 1 1 B 5/66  
5/72  
5/84

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

B 7303-5D

審査請求 未請求 請求項の数16 O L (全 14 頁)

(21) 出願番号

特願平6-231214

(22) 出願日

平成6年(1994)9月27日

(71) 出願人

000002185

ソニー株式会社

東京都品川区北品川6丁目7番35号

(72) 発明者

本多 秀利

東京都品川区北品川6丁目7番35号 ソニー株式会社内

(72) 発明者

佐藤 研一

東京都品川区北品川6丁目7番35号 ソニー株式会社内

(74) 代理人

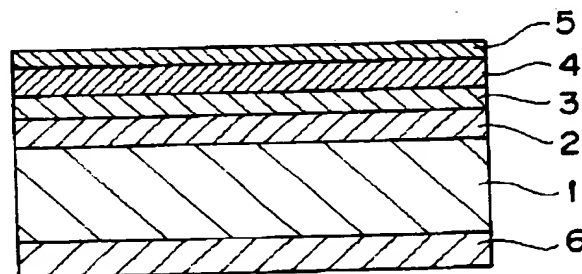
弁理士 小池 晃 (外2名)

(54) 【発明の名称】 磁気記録媒体及びその製造方法

(57) 【要約】

【目的】 防錆効果が極めて高く、裁断時の切口及びクラックからの酸化及び走行によるクラックの発生が抑制され、経時的な磁気特性の劣化を抑えることを可能とする磁気記録媒体及びその製造方法を提供する。

【構成】 裏面にバックコート層6が成膜された非磁性支持体となる高分子フィルム1上に薄膜磁性層2を成膜し、この薄膜磁性層2上に純度99.9%のFe-Cr-Ni (Cr含有率18Wt%、Ni含有率8Wt%) よりなる金属防錆層3を厚み略々5nmに成膜し、この金属防錆層3上に保護膜層4、トップコート層5を順次成膜して構成する。



実施例の磁気テープを模式的に示す断面図

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 非磁性支持体上に少なくとも金属磁性体よりなる薄膜磁性層が成膜されてなる磁気記録媒体において、

前記薄膜磁性層上に不動態を形成する金属よりなる金属防錆層が成膜されていることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項2】 不動態を形成する金属防錆層の金属不純物濃度が5%以下であることを特徴とする請求項1記載の磁気記録媒体。

【請求項3】 不動態を形成する金属防錆層の膜厚が1.0nm以上25nm以下であることを特徴とする請求項1記載の磁気記録媒体。

【請求項4】 不動態を形成する金属防錆層がAl, Ti, Crをそれぞれ12重量%以上含有するFe-Ni-Cr或はCr-Tiよりなることを特徴とする請求項1記載の磁気記録媒体。

【請求項5】 非磁性支持体上に少なくとも金属磁性体よりなる薄膜磁性層が成膜されてなる磁気記録媒体において、

前記薄膜磁性層上に酸化物生成標準自由エネルギーが上記薄膜磁性層に対して負となる金属よりなる金属防錆層が成膜されていることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項6】 酸化物生成標準自由エネルギーが薄膜磁性層に対して負となる金属よりなる金属防錆層の金属不純物濃度が5%以下であることを特徴とする請求項5記載の磁気記録媒体。

【請求項7】 酸化物生成標準自由エネルギーが薄膜磁性層に対して負となる金属よりなる金属防錆層の膜厚が1.0nm以上25nm以下であることを特徴とする請求項5記載の磁気記録媒体。

【請求項8】 金属防錆層の材料である酸化物生成標準自由エネルギーが薄膜磁性層に対して負となる金属が、Cr, Fe, Al, Si, Nb, Zr, V, Mn, Ta, Mo, Hf, Ce, Mg, W, Zn或はThであることを特徴とする請求項5記載の磁気記録媒体。

【請求項9】 非磁性支持体上に少なくとも金属磁性体よりなる薄膜磁性層が成膜されてなる磁気記録媒体において、

前記薄膜磁性層上に酸化物生成標準自由エネルギーが上記薄膜磁性層に対して正となる金属よりなる金属防錆層が成膜されていることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項10】 酸化物生成標準自由エネルギーが薄膜磁性層に対して正となる金属よりなる金属防錆層の金属不純物濃度が5%以下であることを特徴とする請求項9記載の磁気記録媒体。

【請求項11】 酸化物生成標準自由エネルギーが薄膜磁性層に対して正となる金属よりなる金属防錆層の膜厚が1.0nm以上25nm以下であることを特徴とする請求項9記載の磁気記録媒体。

【請求項12】 金属防錆層の材料である酸化物生成標準自由エネルギーが薄膜磁性層に対して正となる金属が、Cu, Ag, Pt, In, Os, Pb, Ni, 或はSnであることを特徴とする請求項9記載の磁気記録媒体。

【請求項13】 金属防錆層上に有機物を主体とする防錆層或は潤滑層が成膜されていることを特徴とする請求項1, 5又は9記載の磁気記録媒体。

【請求項14】 金属防錆層上に無機物を主体とする保護膜層と防錆層或は潤滑層とが順次成膜されていることを特徴とする請求項13記載の磁気記録媒体。

【請求項15】 請求項1, 5又は9記載の磁気記録媒体を作製するに際して、当該磁気記録媒体の原反から磁気記録媒体を所定の寸法に裁断したときに、その裁断面から5μm以下の厚さの部分が、酸化或は窒化された金属防錆層に覆われるようにすることを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。

【請求項16】 レーザビームを用いて磁気記録媒体の原反から磁気記録媒体を所定の寸法に裁断することを特徴とする請求項15記載の磁気記録媒体の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、非磁性支持体上に磁性層として薄膜磁性層を有するいわゆる金属磁性薄膜型の磁気記録媒体及びその製造方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】例えば、ビデオテープレコーダ等の分野においては高画質化を図るために、高密度記録化が一層強く要求されており、これに対応する磁気記録媒体として、金属あるいはCo-Ni等の合金からなる強磁性材料を鍍金や真空薄膜形成技術により直接非磁性支持体上に被着せしめて磁性層を形成する、所謂薄膜磁性層型の磁気記録媒体が提案されている。

【0003】この薄膜磁性層型の磁気記録媒体は、保磁力、角型比及び短波長域における電磁変換特性に優れるばかりでなく、磁性層の薄膜化が可能であるため記録減磁や再生時の厚み損失が著しく小さいことや、磁性層中に非磁性材料である結合剤等を混入する必要がないため磁性材料の充填密度を高くできること等、数々の利点を有している。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上記のような強磁性金属材料は表面活性が高く、大気中で酸化され易い。特に、これまでの製造方法では広幅で表面酸化防止処理を行っており通常使用される環境ではほぼ実用できる特性を持っている。しかし、データの長期保存という観点からはさらに耐蝕性の向上が求められている。

【0005】また、上記金属磁性材料は回転カッターにより所定の製品幅に裁断するため、裁断時の切口から酸

化が進行し、磁化量の低下や場合によっては抗磁力の低下を引き起こす。

【0006】さらに、カッターでの裁断のときやビデオデッキでの走行により裁断面とデッキのガイドフランジとの間に応力が発生し裁断面にクラックと呼ばれる細かいひび割れが磁性面に発生しクラックが大気との接触面積を増やすため同様に酸化が進行するという問題がある。

【0007】そこで、本発明は、かかる従来の実情に鑑みて提案されたものであって、防錆効果が極めて高く、裁断時の切口及びクラックからの酸化及び走行によるクラックの発生が抑制され、経時的な磁気特性の劣化を抑えることを可能とする磁気記録媒体及びその製造方法を提供することを目的としたものである。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明の対象とするものは、非磁性支持体上に蒸着等の手法により少なくとも強磁性体等の金属磁性体よりなる薄膜磁性層が成膜されるいわゆる金属磁性薄膜型の磁気記録媒体及びその製造方法である。

【0009】上記非磁性支持体としては、ポリエステル類、ポリオレフィン類、セルコース誘導体、ビニル系樹脂、ポリイミド類、ポリアミド類、ポリカーボネート等に代表されるような高分子材料により形成される高分子支持体が挙げられる。なお、この非磁性支持体の下部に帯電防止剤等よりなるいわゆるバックコート層を成膜してもよい。

【0010】上記薄膜磁性層は、鍍金やスパッタリング、真空蒸着等のPVD法により連続膜として形成されるものであり、Fe、Co、Ni等の金属やCo-Ni系合金、Co-Ni-Pt系合金、Fe-Co-Ni系合金、Fe-Ni-B系合金、Fe-Co-B系合金、Fe-Co-Ni-B系合金等からなる面内磁化記録金属磁性膜や、Co-Cr系合金薄膜、Co-O系薄膜等の垂直磁化記録薄膜磁性層が例示される。

【0011】特に、面内磁化記録薄膜磁性層の場合、予め非磁性支持体上にBi、Sb、Pb、Sn、Ga、In、Si、Ti等の低融点非磁性材料の地下膜を形成しておき、上記の金属磁性材料を垂直方向から蒸着あるいはスパッタし、薄膜磁性層中にこれらの低融点非磁性材料を拡散せしめ、配向性を解消して面内等方向を確保するとともに抗磁力を向上するようにしてもよい。

【0012】そして、本発明の磁気記録媒体は、前記薄膜磁性層上に不働態を形成する金属よりなる金属防錆層がスパッタ法、あるいは真空蒸着法等PVD法により成膜されていることを特徴とするものである。

【0013】このとき、上記金属防錆層の金属不純物濃度を5%以下とし、またこの金属防錆層の膜厚を1.0nm以上25nm以下とすることが望ましい。ここで、前記の金属不純物とは、金属防錆層の材料のうち、上記

薄膜磁性層上に不働態を形成しない金属等のことである。また、金属防錆層の膜厚を1.0nmより小とすると、この金属防錆層による上記薄膜磁性層の十分な防錆効果を得ることが困難となり、上記膜厚を25nmより大とすると、防錆効果の向上が期待できなくなることに加えて、磁気記録媒体の電磁変換特性のスペーシングによる出力劣化が大きくなる。

【0014】またこの場合、不働態を形成する上記金属防錆層の材料の具体例としては、Al、Ti、Crをそれぞれ12重量%以上含有するFe-Ni-Cr或はCr-Ti等を用いることが好ましい。

【0015】また、本発明の磁気記録媒体は、薄膜磁性層上に酸化物生成標準自由エネルギーが上記薄膜磁性層に対して負となる金属よりなる金属防錆層が成膜されていることを特徴とするものである。ここで、薄膜磁性層に対して酸化物生成標準自由エネルギーが負となるということは、すなわち上記金属防錆層が薄膜磁性層よりも酸化され易いということの意味している。

【0016】このとき、上述と同様の理由により、上記金属防錆層の金属不純物濃度を5%以下とし、またこの金属防錆層の膜厚を1.0nm以上25nm以下とすることが望ましい。

【0017】この場合、薄膜磁性層に対して酸化物生成標準自由エネルギーが負となる上記金属防錆層の材料の具体例としては、Cr、Fe、Al、Si、Nb、Zr、V、Mn、Ta、Mo、Hf、Ce、Mg、W、Zn或はTh等を用いることが好ましい。

【0018】さらに、本発明の磁気記録媒体は、上記薄膜磁性層上に酸化物生成標準自由エネルギーが上記薄膜磁性層に対して正となる金属よりなる金属防錆層が成膜されていることを特徴とするものである。

【0019】このときも、上述と同様の理由により、上記金属防錆層の金属不純物濃度を5%以下とし、またこの金属防錆層の膜厚を1.0nm以上25nm以下とすることが望ましい。

【0020】この場合、薄膜磁性層に対して酸化物生成標準自由エネルギーが正となる上記金属防錆層の材料の具体例としては、Cu、Ag、Pt、In、Os、Pb、Ni、或はSn等を用いることが好ましい。

【0021】そして、本発明においては、成膜された上記金属防錆層上に無機物を主体とする保護膜層と防錆層或は潤滑層とを順次成膜し、更にこのとき金属防錆層上に無機物を主体とする保護膜層を成膜した後に防錆層或は潤滑層を成膜することが望ましい。

【0022】上記保護膜層の材料としては、C、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Ti-N、Mo-C、Cr-C、SiO<sub>2</sub>、SiO<sub>2</sub>、Si-N等を用いることが好ましい。また、防錆層或は潤滑層は、いわゆるトップコート層であり、上記薄膜磁性層の酸化を更に防止するために設けられるものである。

【0023】また、本発明は、上記磁気記録媒体を作製するに際して、当該磁気記録媒体の原反から所定の寸法の磁気記録媒体に裁断したときに、その裁断面から5 $\mu$ m以下の厚さの部分が、酸化或は窒化された上記金属防錆層に覆われるようにすることを特徴とするものである。

【0024】このとき、レーザビームを用いて磁気記録媒体の原反から磁気記録媒体を所定の寸法に裁断することが望ましい。

【0025】

【作用】本発明に係る磁気記録媒体においては、薄膜磁性層上に不働態を形成する金属よりなる金属防錆層が成膜されているので、当該金属防錆層が不働態となり、例えば金属防錆層の厚みで不十分でムラが発生し島状に成膜されたような場合でさえも、薄膜磁性層の酸化が十分に防止され、従って磁束密度の劣化度合が大幅に低減される。

【0026】また、本発明においては、薄膜磁性層上に酸化物生成標準自由エネルギーが上記薄膜磁性層に対して負となる金属よりなる金属防錆層が成膜されているので、上記薄膜磁性層よりも当該金属防錆層の方が酸化し易いために、金属防錆層が酸化されて薄膜磁性層を保護し、上記と同様に金属防錆層に厚みムラが生じた場合でも薄膜磁性層の酸化が十分に防止され、従って磁束密度の劣化度合が大幅に低減される。

【0027】さらに、本発明においては、薄膜磁性層上に酸化物生成標準自由エネルギーが上記薄膜磁性層に対して正となる金属よりなる金属防錆層が成膜されているので、上記薄膜磁性層を被覆する金属防錆層がこの薄膜磁性層に比して酸化され難く、薄膜磁性層の酸化が十分に防止され、従って磁束密度の劣化度合が大幅に低減される。

【0028】また、上記磁気記録媒体は、その作製の際に主にレーザビームを使用して裁断されるためにクラックの発生が防止され、酸化或は窒化された金属防錆層が酸素に対して保護膜となるために、裁断部分からの酸化の進行を防止し耐蝕性に優れたものとなる。また、この酸化或は窒化された金属防錆層は強度が合金よりも大きいためテープ化された後走行によるクラックの発生がおさえられ走行後保存した場合の磁束密度の劣化が大幅に改善される。

【0029】

【実施例】以下、本発明を適用したいくつかの具体的な実施例について図面を参照しながら詳細に説明する。

【0030】本実施例の対象とする磁気記録媒体は、非磁性支持体上に蒸着等の手法により少なくとも強磁性体等の金属磁性体よりなる薄膜磁性層が成膜されてなるいわゆる金属磁性薄膜型のテープ状磁気記録媒体（以下、単に磁気テープと記す。）及びその製造方法である。

【0031】先ず、第1実施例について説明する。この

第1実施例の磁気テープは、図1に示すように、非磁性支持体となる高分子フィルム1上にCoを主成分とした薄膜磁性層2が成膜され、この薄膜磁性層2上に純度99.9%のFe-Cr-Ni（Cr含有率18Wt%、Ni含有率8Wt%）よりなる金属防錆層3が厚み略々5nmに成膜され、この金属防錆層3上にカーボン（C）よりなる保護膜層4が成膜され、ナフタリン・ジオールよりなる有機物防錆剤とパーフルオロ・ポリエーテル誘導体よりなる有機潤滑剤とが上記保護膜層4上に塗布されてトップコート層5が成膜され、更に高分子フィルム1の下部にカーボンを主体とし多材料よりなるバックコート層6が成膜されて構成されている。

【0032】上記高分子フィルム1は、ポリエステル類、ポリオレフィン類、セルロース誘導体、ビニル系樹脂、ポリイミド類、ポリアミド類、ポリカーボネート等に代表されるような高分子材料よりなるものである。

【0033】上記薄膜磁性層2は、鍍金やスパッタリング、真空蒸着等のPVD法により連続膜として形成されるものであり、Fe、Co、Ni等の金属やCo-Ni系合金、Co-Ni-Pt系合金、Fe-Co-Ni系合金、Fe-Ni-B系合金、Fe-Co-B系合金、Fe-Co-Ni-B系合金等からなる画内磁化記録金属磁性膜や、Co-Cr系合金薄膜、Co-O系薄膜等の垂直磁化記録薄膜磁性層が用いられる。

【0034】画内磁化記録薄膜磁性層の場合では、予め高分子フィルム1上にBi、Sb、Pb、Sn、Ga、In、Si、Ti等の低融点非磁性材料の下地膜を形成しておき、上記の金属磁性材料を垂直方向から蒸着あるいはスパッタし、薄膜磁性層2中にこれらの低融点非磁性材料を拡散せしめ、配向性を解消して画内等方向を確保するとともに抗磁力を向上するようにしてもよい。

【0035】そして特に、上記金属防錆層3は、金属不純物濃度を5%以下とし、またこの金属防錆層の膜厚を1.0nm以上25nm以下とすることが望ましい。本第1実施例においては、それぞれ不純物濃度が1%程度、上記膜厚が略々5nmとされている。

【0036】また、不働態を形成する金属防錆層3の材料としては、Al、Ti、Crをそれぞれ12重量%以上含有するFe-Cr-Ni或はCr-Ti等を用いることが好ましい。本第1実施例においては、Fe-Cr-Niが用いられている。

【0037】上記磁気テープを作製するには、先ず非磁性支持体となる高分子フィルム1上にCoを主成分とした薄膜磁性層2を成膜した後、この薄膜磁性層2上にスパッタ法により純度99.9%のFe-Cr-Ni（Cr含有率18Wt%、Ni含有率8Wt%）をターゲットとして金属防錆層3を厚み略々5nmに成膜する。

【0038】本例において使用するスパッタリング装置を図2に示す。このスパッタリング装置においては、外側をチャンバー30にて覆い、真空ポンプ31にて10

1 Paまで減圧したあと真空ポンプ側へ排気するバルブ32の角度を全開状態から10度まで絞ることにより排気速度を落とし、Arガス導入管33からArガスを導入し、真空度を0.8 Paにする。巻だしロール34にCoの合金を蒸着した磁気テープの原反29をセットしクーリングキャン25でキャンを-41℃に冷却しながら電極36と上記のFe-Cr-Niのターゲット27の距離が45 nm離れたマグネトロンスパッタ装置にて、3000 Vの電圧をかけ、1.4 A電流が流れる状態を保ち、所望のスパッタ膜を形成し、その後巻取りロール38によって上記原反39を巻取る。なお、上記金属防錆層3の膜厚はTEM(透過型電子顕微鏡)にて測定する。

【0039】次いで、上記スパッタリング装置を使用して、ターゲット37のみをカーボン(C)に変更しスパッタ条件は真空度を1.5 Paに変更し、電圧を3500 V、電流を3.2 A流しカーボン保護膜層を形成する。

【0040】なお、本例ではスパッタ工程を2度に行っているが、ターゲット37と電極36を複数個使用することにより1回の工程で防錆層と無機保護膜層を形成することも可能である。また、後に述べる効果の比較をおこなった保護膜層4を形成しない磁気テープにおいては、カーボンをスパッタする工程を省いている。

【0041】次に、ナフタリン・ジオールを有機物防錆剤として0.1 Wt %溶液をグラビアロールを使用した塗布機にて塗布し、100℃のドライヤーで乾燥した後潤滑剤としてパーフルオロ・ポリエーテル誘導体よりなる有機物を主体とした0.5 Wt %溶液を同様にグラビアロールにて塗布した後に乾燥させトップコート層5を形成する。

【0042】その後、カーボンを主体とし硬化剤として塩化ビニル系のバインダーを使用したバックコート層6を形成して本例の磁気テープ原反を作成する。そして、この磁気記録媒体原反を8 mm幅に裁断する図3に上記磁気テープ原反の断面加工を行う為の処理装置を示す。当該処理装置は、巻きだしロール7、レーザーカッター8、巻取りロール9が上流側からこの順に設置されて構成されている。磁気テープ10はガイド11により最適なテンションで走行する。

【0043】図4に示すように、上記レーザーカッター8には波長10 μm出力10 Wの炭酸ガスレーザー12を使用し、レーザー光はコリメータ13で無限光に変換された後ハーフミラー14を通り開口数0.5の対物レンズ\*

$$\text{残留磁束密度の劣化率(\%)} = (\phi_{01} - \phi_{02}) / \phi_{01} \times 100 \dots (1)$$

$\phi_{01}$ : 初期残留磁束密度

$\phi_{02}$ : 放置後残留磁束密度

また、レーザービームによる裁断をおこなわない磁気テープAについては裁断時にクラックが発生するものと発生しないものがあり、クラックの発生しているものは保存

\*15により集光され磁気テープ10の表面で結像し発生する熱により磁気テープ10を裁断する。この光は磁気テープ10のテープ面から反射し一部がハーフミラー14で反射されフォーカス検出部に導かれる。フォーカス検出部はシリンドリカルレンズ+集光レンズ16、及びフォトダイオード17から構成され、前記シリンドリカルレンズのフォーカス特性による非点集差を利用し、図5に示すように、この信号を差動アンプ18により増幅し位相補償回路19により位相補償をかけた後ドライブアンプ20によりフォーカスアクチュエータ21を駆動しフォーカスのずれを補正することによりビームスポットを最小にし、切断部分のエネルギーを最大にし裁断を行う。

【0044】本例では、10 μmの波長の光学系を使用したためレーザービームのスポットサイズは半値幅で約10 μmとなる。したがって、磁気テープ10の酸化層・窒化層が形成される厚みは5 μm程度と予想される。このレーザーカッター8を所定台数使用して所定の幅に裁断する。

【0045】レーザーカッター8に使用するレーザービームとしては、対物レンズでの出射パワーが1 W程度以上であるならばガスレーザーであっても半導体レーザーであっても個体レーザーであっても構わない。また、使用波長に関しても、上記スポットのビームプロファイルから考えると波長の短いレーザーの方が切りしろの発生幅が少なく済むために、出力の確保できる範囲で短い波長のレーザーが有利である。また、本例では、フォーカスサーボの機構も非点集差法を利用しているが、ナイフエッジ法、臨界角法、その他フォーカス検出機能があればどのような機構でも構わない。

【0046】ここで、本第1実施例による製造方法により作製された磁気テープの保存特性と従来の製造方法により作製された磁気テープの保存特性を比較した結果について説明する。このとき、本例の磁気テープとしては、上記金属防錆層3を有し且つレーザービームによる裁断を伴わないものをサンプルAとし、レーザービームによる裁断を伴うものをサンプルBとする。また、従来の磁気テープとしては、金属防錆層3を有さず且つレーザービームによる裁断を伴わないものをサンプルCとする。

【0047】なお、保存特性は上記各磁気テープを温度60℃、湿度95%の高湿多湿条件で144時間放置し、放置による残留磁束密度の劣化率を以下に示す式(1)に基づいて求めることによって調べた。

【0048】

特性の劣化する傾向があった。

【0049】現在の製法ではクラックの全く発生しない裁断を行うことは非常に困難であり、サンプルCを光学顕微鏡(対物レンズ10倍、接眼レンズ10倍)にて観察したところ、0.1 mmの範囲に平均37本のクラック

クが発生したもののについての残留磁束密度の劣化率は-11.6%程度となる。

【0050】一方、金属防錆層3を形成したサンプルAにおいては、光学顕微鏡（接眼レンズ10倍）で観察したところ、0.1mmの範囲に平均37本のクラックが発生したものの残留磁束密度の劣化率は-7.0%程度となる。

【0051】これに対し、レーザービームを使用した製法により作成されたサンプルBにおいては、クラックの発生は確認できないとともに、残留磁束密度の劣化は-1.6%となる。

【0052】本例の磁気テープにおいては、サンプルAのものでも従来のサンプルCと比べて防錆効果がある上に、レーザービームにより裁断する工程を加えると、裁断面が酸化あるいは窒化されるため防錆効果が高まることが分かる。

【0053】また、AES（オージェ分子分光分析法）によって裁断面の組成分析を行ったところ、サンプルBについてはサンプルCと比較して酸素の強度ピークが2倍、また、サンプルCでは検出されなかった窒素が検出\*20

\*されているため大気中で金属の溶融反応が起きていることが確認できた。

【0054】酸素の検出強度ピークの部分（強度41の部分）を100%強度とし、検出強度最低の部分（この場合強度12）を0%としたときの13.5（ $1/e^2$ ）を酸化膜の厚みと定義している。上記AESにおける分析結果と厚みとの関係を図6に示す。その結果、酸化された金属防錆層3（酸化膜）の厚みは0.5 $\mu$ m～1.5 $\mu$ mとなる。その他の元素の検出結果を以下の表1に示す。上記厚みは、レーザービームの波長により決定される量となるが、イオンインプレーティング法などによる酸化膜及び窒化膜の検討では、20nm程度の厚みでも酸化防止の効果が確認されているためレーザー波長が $1/25$ である $\lambda=42$ nmのレーザービームでも酸化防止効果が期待できる。実際には熱伝導の効果も期待されるため42nmよりも短波長のレーザービームを使用しても保護膜効果は期待できる。

【0055】

【表1】

検出元素	推定厚み (nm)	備 考
Co	---	磁性体 製造時利用 製造工程では使用していない 保護膜層で利用
O	1330	
N	790	
C	---	
Fe-		金属防錆層で利用
Cr-	--	
Ni		

【0056】サンプルA～サンプルCの残留磁束密度の劣化率を図7に示す。本例の磁気テープでもレーザービームにより裁断したもの（サンプルB）の方がレーザービームを用いないもの（サンプルA）よりも残留磁束密度の劣化では良好な特性を示したが、レーザービームにより裁断したものでなくても従来のもの（サンプルC）よりも特性は良くなっており、従来製法により作成した磁気テープに比べ耐蝕性に優れていることが分かる。

【0057】次に、金属防錆層3の効果が見られる条件を調べた。変更するパラメータは、Fe-Cr-Niターゲットの純度による磁束密度の劣化特性と金属防錆層3の厚みによる特性の変化を図8及び図9に示す。尚、金属防錆層3の形成においては電極電圧、Arガス濃度も重要なパラメータとなるが、装置依存性が大きいためデータは今回使用した装置で最も良かったデータと比較した。

【0058】図8から分かるように、Fe-Cr-Niターゲットの純度は高いほど防錆層としての効果が高く

レーザーリッターとの組み合わせのもので比較すると純度99%のものから金属防錆層が形成されていないものよりも特性が良くなる。また、A1とCを添加し純度を95%まで下げたターゲットを使用して試したところ純度95%までは使用可能であった。

【0059】一方、金属防錆層3の厚みと錆特性との関係を示した図9によると、金属防錆層3が1.0nm以上の厚みがあれば防錆層を形成しないものと比較して効果があることが分かる。

【0060】ここで金属防錆層3の厚みを測定するためには、透過型電子顕微鏡（TEM）で20万倍にて撮影した写真にて判断しているが、できるだけ薄く金属防錆層3を形成しようとした場合、膜厚にムラがあるため島状に金属防錆層3が形成されてしまう。このように膜厚にムラがあるために膜厚の決定には1サンプルあたり10点を計測し、その平均値を金属防錆層3の厚みとした。

【0061】この金属防錆層3の厚みムラは、スパッタ

装置やその他の条件により変わってくるが、該サンプルにおいて比較的厚みムラがなかった条件で成膜されたものと比較的厚みムラが大きかったものとの比較を図9に行っている。

【0062】もちろん、厚みムラのすくないものである厚みムラ $\sigma=0.1\text{ nm}$ のものの方が厚みムラの大きい $\sigma=0.35\text{ nm}$ のものよりも錆特性は良好であるが、この程度の厚みムラでの影響は比較的少なく実害とはならないレベルである。

【0063】また、金属防錆層3の厚みを検討して行った結果、厚ければ厚い程防錆層効果が高まることが確認できたが、 $10\text{ nm}$ 以上の領域では効果が頭打ちになる傾向がある一方、上記磁気テープの電磁変換特性のスペーシングによる出力劣化(dB)は、

$$I_{out} = -70 \text{ (d/\lambda)} \quad \dots (2)$$

という結果が求められており、一般に高密度記録を行うとする領域では $\lambda=0.5\text{ }\mu\text{m}$ 程度のものを使用しているため、金属防錆層3の厚みが $25\text{ nm}$ とするとスペーシングロスによる出力の減衰分は $-3.5\text{ dB}$ に達するために、蒸着テープとして塗布型テープに対する高出力の優位性が発揮できなくなる。

【0064】次いで、図10に金属防錆層3の厚みと電磁変換特性(出力)との対応を取った結果について示す。この結果によっても金属防錆層3の厚みが $25\text{ nm}$ を越えると塗布型リファレンステープと比較して $6\text{ dB}$ 程度の余裕しかみられなくなる。従って、最近の塗布型テープの出力の高いものと比べて $1\text{ dB}$ の余裕しかなくなるため金属防錆層3の厚みは $25\text{ nm}$ を上限とする。

【0065】次に、第2実施例について説明する。この第2実施例の磁気テープは、上記第1実施例のそれとほぼ同様の構成を有するが、その金属防錆層3が異なる。なお、上記第1実施例と同一のものについては同符号を記し説明を省略する。

【0066】すなわち、第2実施例の磁気テープにおいては、薄膜磁性層2上に酸化物生成標準自由エネルギーが上記薄膜磁性層に対して負となる金属、ここでは純度99%のNbよりなる金属防錆層3が成膜されて構成されている。このとき、その他の積層膜については上記第1実施例のそれと同様である。

【0067】このとき、上述と同様の理由により、上記金属防錆層3の金属不純物濃度を5%以下とし、またこの金属防錆層3の膜厚を $1.0\text{ nm}$ 以上 $25\text{ nm}$ 以下とすることが望ましい。

【0068】この場合、薄膜磁性層に対して酸化物生成

標準自由エネルギーが負となる上記金属防錆層の材料の具体例としては、上記のNb以外の例として、Cr, Fe, Al, Si, Zr, V, Mn, Ta, Mo, Hf, Ce, Mg, W, Zn或はTh等を用いることが好ましい。

【0069】上記磁気テープを作製するには、先ず、非磁性支持体となる高分子フィルム1上にCoを主成分とした薄膜磁性層を成膜した後、スパッタ法により純度99%のNbをターゲットとして金属防錆層3を厚み略々 $5\text{ nm}$ に成膜する。

【0070】生成条件等としては上記第1実施例の場合と同じ装置を使用しておりスパッタ電圧等は若干異なるが、大枠において同等なので細かい条件は割愛する。

【0071】ここで、本第2実施例による製造方法(上記第1実施例と同様)により作製された磁気テープの保存特性を調べた。このとき、本例の磁気テープとしては、上記金属防錆層3を有し且つレーザビームによる裁断を伴わないものをサンプルDとし、レーザビームによる裁断を伴うものをサンプルEとする。

【0072】なお、保存特性は磁気記録媒体を温度 $60^\circ\text{C}$ 、湿度95%の高温多湿条件下で $144$ 時間放置し、放置による残留磁束密度の劣化率を上記(1)式に基づいて求めることによって調べた。

【0073】その結果、サンプルDについて、光学顕微鏡(接眼レンズ10倍)で観察したところ、 $0.1\text{ mm}$ の範囲に平均37本のクラックが発生したものの残留磁束密度の劣化率は $-5.0\%$ 程度となる。

【0074】また、レーザビームを使用した製法により作製されたサンプルEについては、クラックの発生は確認できないとともに、残留磁束密度の劣化は $-1.1\%$ となる。

【0075】本第2実施例の磁気テープは、上記第1実施例のそれと同様に、優れた防錆効果がある上に、レーザビームにより裁断する工程を加えると、裁断面が酸化あるいは窒化されるため更に防錆効果が高まる。

【0076】また、上記AESによって裁断面の組成分析を行ったところ、サンプルEについては上記サンプルC(従来の磁気テープ)と比較して酸素の強度ピークが2倍、また、サンプルEでは検出されなかった窒素が検出されているため大気中で金属の熔融反応が起きていることが確認できた。上記AESによる組成分析の結果を以下の表2に示す。

【0077】

【表2】



検出元素	推定厚み (nm)	備 考
Co	---	磁性体 製造時利用 製造工程では使用していない 保護膜層で利用 金属防錆層で利用
O	1290	
N	750	
C	---	
Nb	---	

【0078】サンプルC～サンプルEの残留磁束密度の劣化率を図11に示す。本例の磁気テープでもレーザビームにより裁断したもの（サンプルE）の方がレーザビームを用いないもの（サンプルD）よりも残留磁束密度の劣化では良好な特性を示したが、レーザビームにより裁断したものでなくても従来のもの（サンプルC）よりも特性は良くなっており、従来製法により作成したテープに比べ耐蝕性に優れていることがわかる。

【0079】次に、金属防錆層3の効果がみられる条件を調べた。図12から分かるようにNbターゲットの純度は高い程防錆層としての効果が高くレーザスリッターとの組み合わせのもので比較すると純度99%のものから防錆層が形成されていないものよりも特性が良くなる。また、AlとCを添加し純度を95%まで下げたターゲットを使用して試したところ純度95%までは使用可能であった。

【0080】一方、金属防錆層3の厚みと錆特性との関係を示した図13によると、金属防錆層3が1.0nm以上の厚みがあれば防錆層を形成しないものと比較して効果があることが分かる。この構成のものでも、厚みμmのすくないものである $\sigma = 0.1$ nmのものの方が $\sigma = 0.35$ nmのものよりも錆特性は良好であるが、この程度の厚みμmにおける影響は比較的少なく実害とはならないレベルである。

【0081】ここで、本第2実施例のいくつかの変形例について説明する。これらの変形例においては、上記金属防錆層3を、それぞれ純度が99%以上のCr, Al, Ti, Zn, 及びSiを材料として成膜した磁気テープ及び純度が99.99%以上のFeを材料として成膜した磁気テープを用いて残留磁束密度の劣化率を調べた。ここで、上記各材料により成膜された磁気テープをそれぞれサンプル1（裁断時にレーザビームを用いないもの）、サンプル2（裁断時にレーザビームを用いるもの）とし、上記第2実施例と同様に従来のものをサンプルCとする。

【0082】その結果、図14～図19に示すように、上記第2実施例に示した純度99%のNbよりなる金属防錆層3を有する磁気テープの場合と同様に、全ての上記磁気テープが従来製法により作成した磁気テープに比

べ耐蝕性に優れていることが分かる。

【0083】次いで、第3実施例について説明する。この第3実施例の磁気テープは、上記第1実施例のそれとほぼ同様の構成を有するが、その金属防錆層が異なる。なお、上記第1実施例と同一のものについては同符号を記し説明を省略する。

【0084】すなわち、第2実施例の磁気テープにおいては、薄膜磁性層2上に酸化物生成標準自由エネルギーが上記薄膜磁性層に対して正となる金属、ここでは純度99%のPbよりなる金属防錆層3が成膜されて構成されている。このとき、その他の積層膜については上記第1実施例のそれと同様である。

【0085】このとき、上述と同様の理由により、上記金属防錆層51の金属不純物濃度を5%以下とし、またこの金属防錆層3の膜厚を1.0nm以上25nm以下とすることが望ましい。

【0086】この場合、薄膜磁性層に対して酸化物生成標準自由エネルギーが正となる上記金属防錆層の材料の具体例としては、上記のPb以外の例として、Cu, Ag, Pt, In, Os, Ni, 或はSn等を用いることが好ましい。

【0087】上記磁気テープを作製するには、まず、非磁性支持体となる高分子フィルム1上にCoを主成分とした薄膜磁性層2を成膜したあと、スパッタ法により純度99%のPbをターゲットとし金属防錆層3を厚み略々5nmに成膜する。

【0088】生成条件等としては上記第1実施例の場合と同じ装置を使用しておりスパッタ電圧等は若干異なるが、大枠において同等なので細かい条件は割愛する。

【0089】ここで、本第3実施例による製造方法（上記第1実施例と同様）により作製された磁気テープの保存特性を調べた。このとき、本例の磁気テープとしては、上記金属防錆層3を有し且つレーザビームによる裁断を伴うものをサンプルFとする。

【0090】なお、保存特性は磁気記録媒体を温度60℃、湿度95%の高温多湿条件下で144時間放置し、放置による残留磁束密度の劣化率を（1）式に基づいて求めることによって調べた。

【0091】また、従来製法品ではレーザビームによる

裁断をおこなわないものでは裁断時にクラックが発生するものと発生しないものがあり、クラックの発生しているものは保存特性の劣化する傾向があった。

【0092】また、レーザビームを使用した製法により作製されたサンプルFについては、クラックの発生は確認できないとともに、残留磁束密度の劣化は-0.6%となる。

【0093】本第3実施例の磁気テープは、上記第1実施例のそれと同様に、優れた防錆効果がある上に、レーザビームにより裁断する工程を加えると、裁断面が酸化\*10

\*あるいは窒化されるため更に防錆効果が高まる。

【0094】また、上記AESによって裁断面の組成分析を行ったところ、サンプルFについては上記サンプルC（従来の磁気テープ）と比較して酸素の強度ピークが2倍、また、サンプルFでは検出されなかった窒素が検出されているため大気中で金属の溶融反応が起きていることが確認できた。上記AESによる組成分析の結果を以下の表3に示す。

【0095】

【表3】

検出元素	推定厚み (nm)	備 考
Co	---	磁性体
O	1400	製造時利用
N	810	製造工程では使用していない
C	---	保護膜層で利用
Pb	---	金属防錆層で利用

【0096】サンプルC及びサンプルFの残留磁束密度の劣化率を図20に示す。レーザビームにより裁断したもの（サンプルF）は従来のもの（サンプルC）よりも特性は良くなっており、従来製法により作成したテープに比べ耐蝕性に優れていることがわかる。

【0097】更に、上記第1、第2実施例の磁気テープでは金属防錆層3、3が、島状に形成されていても防錆効果がみられたが、本例の酸化物生成標準自由エネルギー及び窒化物生成標準自由エネルギーが強磁性体以上の金属を金属防錆層3として成膜した磁気テープに関しては島状に金属防錆層が形成されているような厚みむら $\sigma = 0.35$ のものに関しては防錆効果が見られないどころか錆を促進させる効果がみられる。その様子を図21に示す。ここで厚みムラが発生していても、全体を覆い尽くす厚みである6nm以上の領域では急速に防錆効果が発揮されてくる。

【0098】これは、電池効果により、金属防錆層3よりも薄膜磁性層2の方が先に酸化されてしまい、表面に酸化膜を形成しなかったものよりも保存特性が劣化してしまうためである。

【0099】更に、この効果は裁断を従来のカッターを使用した裁断を行った時にも裁断面において金属防錆層3と薄膜磁性層2の電池効果が発生してしまうため従来の方法では錆に対して金属防錆層3の効果が見られる構成であったとしても必ずしも十分な防錆効果が期待できる訳ではなかった。例えば特開平5-234059で示される範囲よりも薄い領域でも防錆効果が得られるのは先述の電池効果に対して電池効果を防ぐ効果の優位性があるからである。

【0100】防錆層の効果がみられる条件を調べた。図22から分かるようにPbターゲットの純度は高い程防錆層としての効果が高くレーザスリットとの組み合わせのもので比較すると純度99%のものから金属防錆層3が形成されていないものよりも特性が良くなる。また、A1とCを添加し純度を95%まで下げたターゲットを使用して試したところ純度95%までは使用可能であった。

30 【0101】一方、金属防錆層3の厚みと錆特性を示した図21によると厚みむら $\sigma = 0.1$ のものでは1.0nm以上の厚みがあれば金属防錆層3を形成しないものと比較して効果があることが分かる。

【0102】ここで、本第3実施例のいくつかの変形例について説明する。これらの変形例においては、上記金属防錆層3を、それぞれ純度が99%以上のSn及びNiを材料として成膜した磁気テープを用いて残留磁束密度の劣化率を調べた。

40 【0103】その結果、図23及び図24に示すように、上記第3実施例に示した純度99%のPbよりなる金属防錆層3を有する磁気テープの場合と同様に、双方の上記磁気テープとも従来製法により作成した磁気テープに比べ耐蝕性に優れていることが分かる。

50 【0104】なお、本発明は、上記第1～第3実施例に限定されるものではない。実際、どのような金属を使用しても最終的には金属防錆層を形成することが可能であると推測されるが、実際は純度により防錆効果が異なるという結果が得られている。これは、先ほども述べた電池効果が影響しており、一見一様には薄膜磁性層の表面を金属防錆層が覆っているように見えてもこの金属防錆層

の中に元素の分布むらがあり、実質的に島状に金属防錆層が形成されているのと同じ結果になっていたり、ものによっては島状のままであったりしたために効果がなかったものである。

【0105】さらに、金属によっては酸素を浸透させる程度の層しか形成できないものについては、金属防錆層を形成しても島状に金属防錆層が形成されたものと同じになってしまい、さらに、金属防錆層部分の酸化が完全に進行してしまったものに関しては防錆層としての機能を果たさないため効果を発揮できず見かけ上効果がないものと判断されてしまった金属も存在する。

【0106】またさらに、裁断の時の条件によりクラックの発生や裁断面からの錆の浸透あるいは裁断面での電池効果により従来技術では十分防錆効果が確認できなかった組み合わせのものでも防錆効果があることが確認できた。ただし、ターゲットの基材として高純度のターゲットが得られない物質、Ca、Na等のような空気中の水や酸素との反応性の高い材料に関しては効果の確認はできない。

#### 【0107】

【発明の効果】以上の説明からも明らかなように、本発明の磁気記録媒体及びその製造方法によれば、防錆効果が極めて高く、裁断時の切口及びクラックからの酸化及び走行によるクラックの発生が抑制され、経時的な磁気特性の劣化を抑えることが可能となる。

【0108】また、前述の磁気記録媒体をレーザービームにて所定の寸法に裁断技術と組み合わせることにより裁断部分からの薄膜磁性層の酸化を防止することができるのと同時に走行による防錆効果の劣化もない磁気記録媒体を得ることが可能となり飛躍的に保存による耐蝕性を向上させた磁気記録媒体を作製することが可能となる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】実施例の磁気テープの構成を模式的に示す断面図である。

【図2】スパッタ装置を示す模式図である。

【図3】裁断をおこなうための処理装置の例を示す模式図である。

【図4】レーザーカッターの実施例の光学系の模式図である。

【図5】レーザーカッター焦点調節回路のブロック図である。

【図6】オージェ電子分光分析法による深さ方向の元素分析結果を示す特性図である。

【図7】防錆効果を示す特性図である。

【図8】金属防錆層の原材料の純度と残留磁束密度劣化の関係を示す特性図である。

【図9】金属防錆層の厚みと残留磁束密度劣化の関係を示す特性図である。

【図10】金属防錆層の厚みと電磁変換特性の関係を示す特性図である。

【図11】残留磁束密度の劣化を示す特性図である。

【図12】防錆層の原材料の純度と残留磁束密度劣化の関係を示す特性図である。

【図13】防錆層厚みと残留磁束密度劣化の関係を示す特性図である。

【図14】金属防錆層の厚みと残留磁束密度劣化の関係を示す特性図である。

【図15】金属防錆層の厚みと残留磁束密度劣化の関係を示す特性図である。

【図16】金属防錆層の厚みと残留磁束密度劣化の関係を示す特性図である。

【図17】金属防錆層の厚みと残留磁束密度劣化の関係を示す特性図である。

【図18】金属防錆層の厚みと残留磁束密度劣化の関係を示す特性図である。

【図19】金属防錆層の厚みと残留磁束密度劣化の関係を示す特性図である。

【図20】残留磁束密度の劣化を示す特性図である。

【図21】金属防錆層の厚みのバラツキと残留磁束密度劣化の関係を示す特性図である。

【図22】金属防錆層の原材料の純度と残留磁束密度劣化の関係を示す特性図である。

【図23】金属防錆層の厚みと残留磁束密度劣化の関係を示す特性図である。

【図24】金属防錆層の厚みと残留磁束密度劣化の関係を示す特性図である。

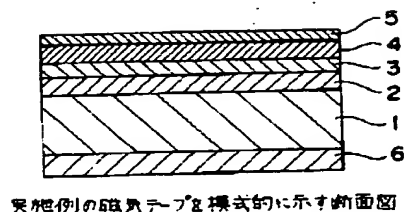
#### 【符号の説明】

- 1 高分子フィルム
- 2 磁性薄膜層
- 3 金属防錆層
- 4 保護膜層
- 5 トップコート層
- 6 バックコート層
- 7, 34 巻き出しロール
- 8 レーザカッター
- 9, 38 巻き取りロール
- 10 磁気テープ
- 11 ガイド
- 12 コリメータ
- 13 ハーフミラー
- 14 対物レンズ
- 15 CO<sub>2</sub> レーザ
- 16 シリンドリカルレンズ+集光レンズユニット
- 17 フォトディテクタ
- 18 差動アンプ
- 19 位相補償回路
- 20 アクチュエータドライブアンプ
- 21 フォーカスアクチュエータ
- 30 チャンバー
- 31 真空ポンプ

- 32 排気ポンプ  
33 ガス導入管  
35 クーリングキャン

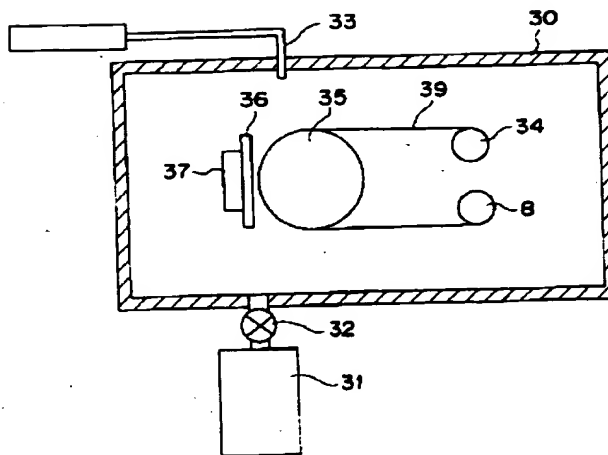
- 36 電極  
37 ターゲット  
39 原反

【図1】



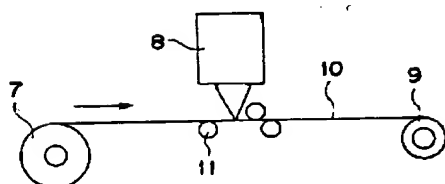
実施例の磁気テープを模式的に示す断面図

【図2】



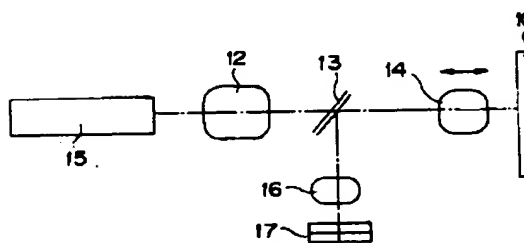
スパッタ装置を示す模式図

【図3】



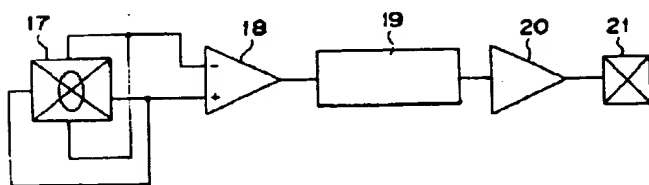
切断をおこなうための処理装置の例を示す模式図

【図4】



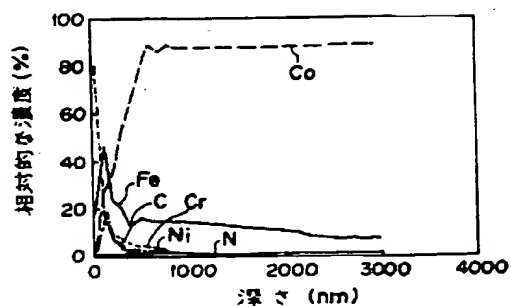
レーザーカッターの実施例の光学系の模式図

【図5】



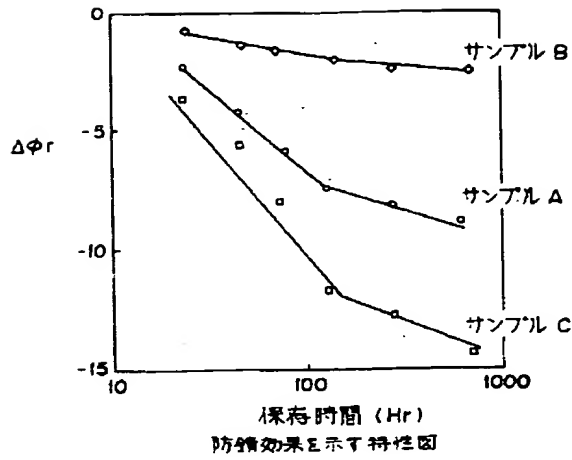
レーザーカッター焦点調節回路のブロック図

【図6】

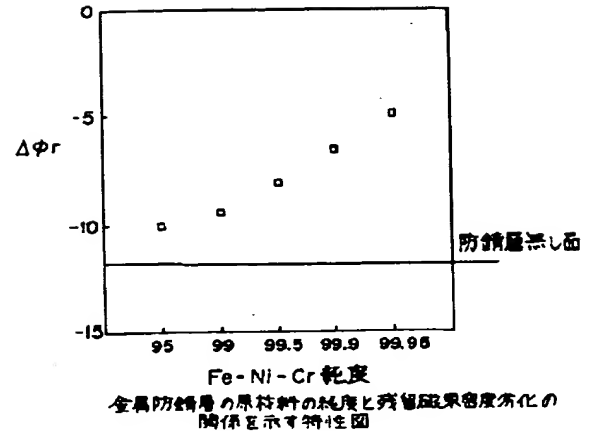


オージェ電子分光分析法による深さ方向の元素分析結果を示す特性図

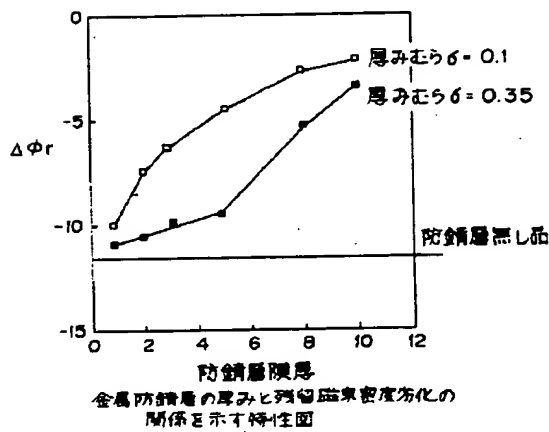
【図 7】



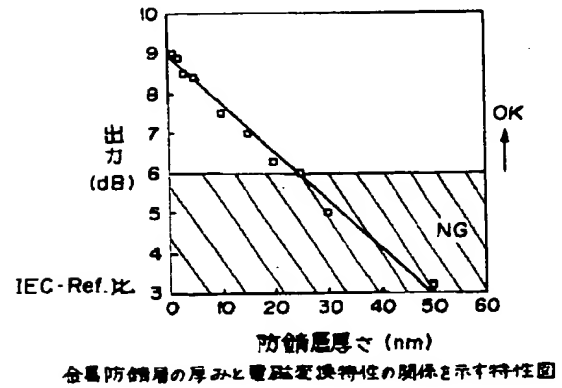
【図 8】



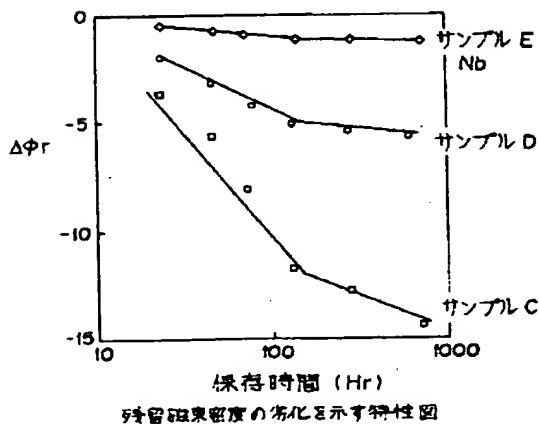
【図 9】



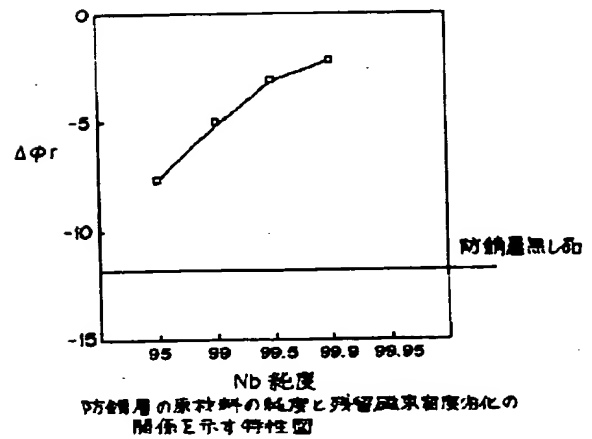
【図 10】



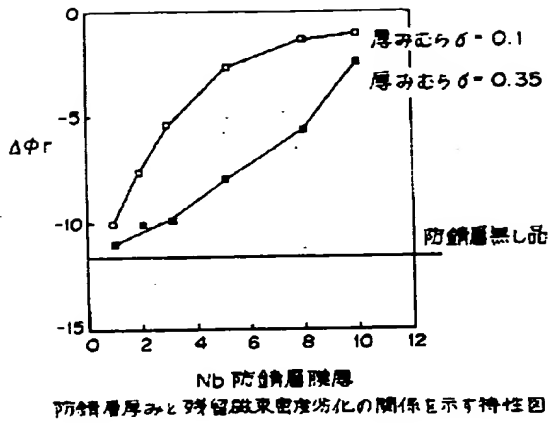
【図 11】



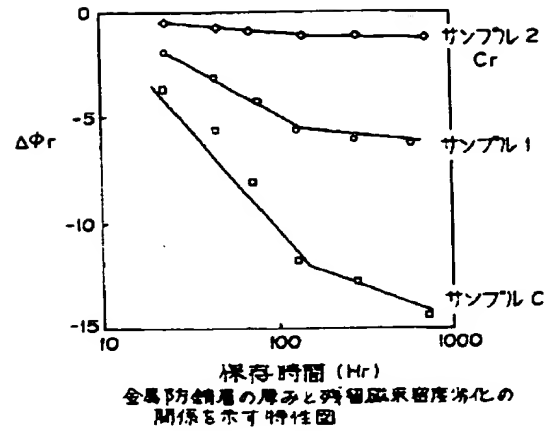
【図 12】



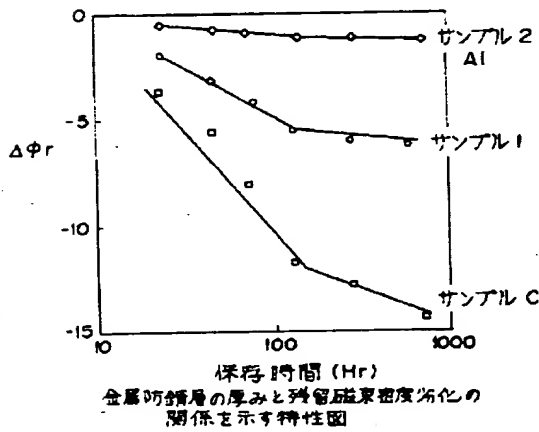
【図13】



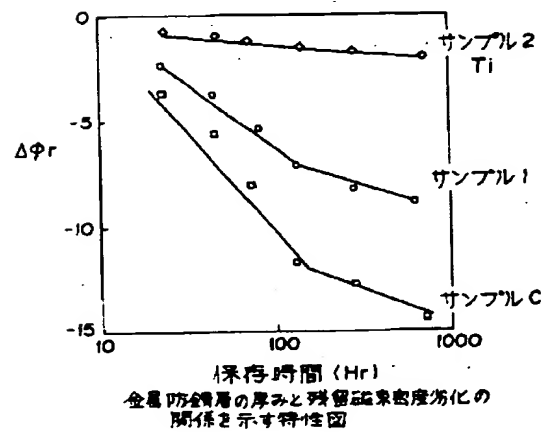
【図14】



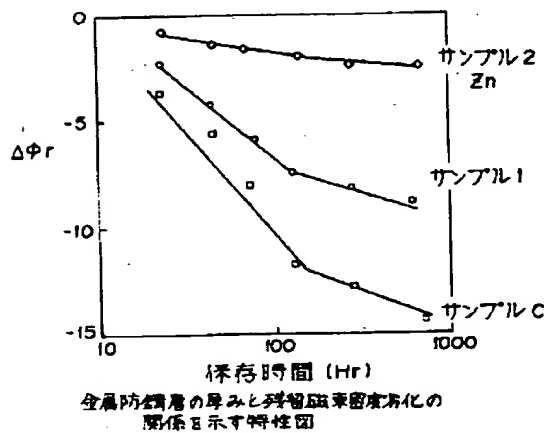
【図15】



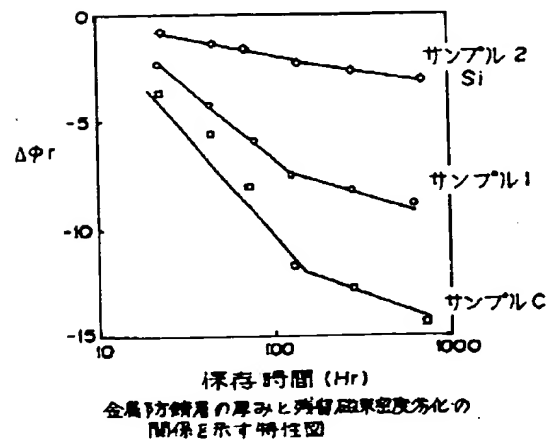
【図16】



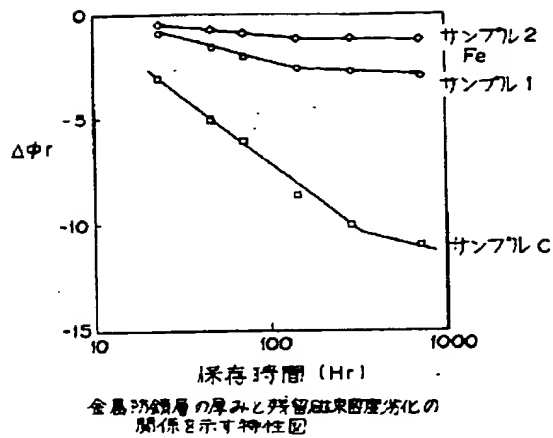
【図17】



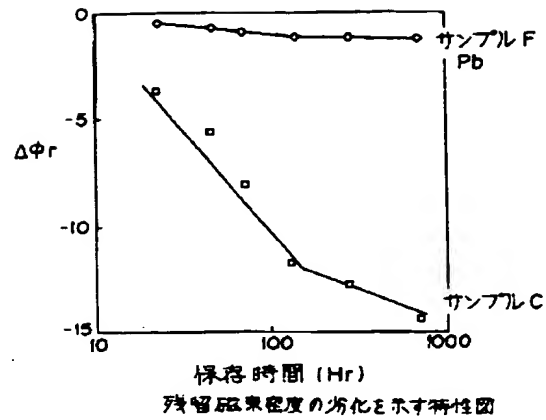
【図18】



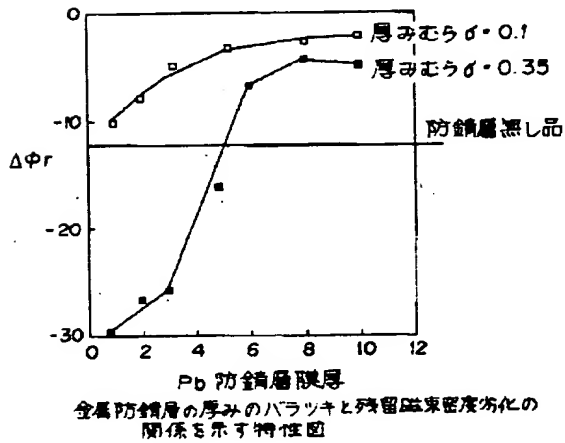
【図19】



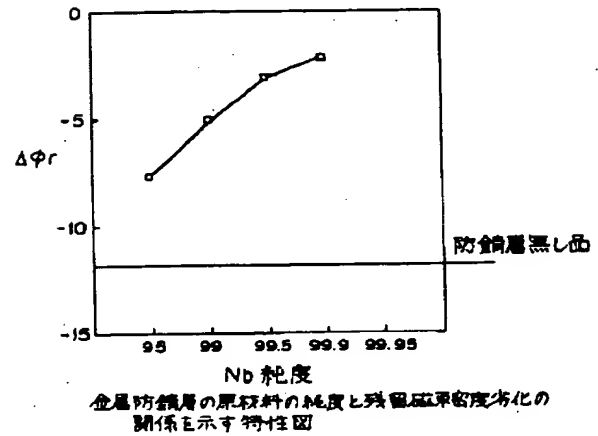
【図20】



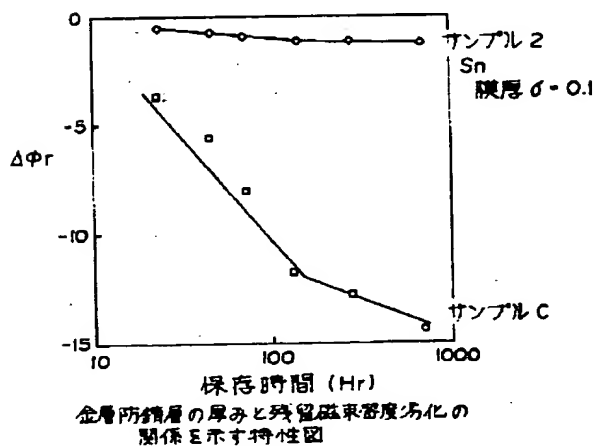
【図21】



【図22】



【図23】



【図24】

